

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

⑱ 公開特許公報 (A) 平3-205364

⑤ Int. Cl.⁵
C 04 B 35/58識別記号
103 J庁内整理番号
8821-4C

⑩ 公開 平成3年(1991)9月6日

審査請求 未請求 請求項の数 2 (全5頁)

④ 発明の名称 工具用焼結材料

⑪ 特願平2-74

⑫ 出願 平2(1990)1月5日

⑬ 発明者 塚本 順彦 広島県広島市西区観音新町4丁目6番22号 三菱重工業株式会社広島研究所内

⑭ 発明者 江川 庸夫 広島県広島市西区観音新町4丁目6番22号 三菱重工業株式会社広島研究所内

⑮ 発明者 市来崎 哲雄 広島県広島市西区観音新町4丁目6番22号 三菱重工業株式会社広島研究所内

⑯ 発明者 深谷 保博 広島県広島市西区観音新町4丁目6番22号 三菱重工業株式会社広島研究所内

⑰ 出願人 三菱重工業株式会社 東京都千代田区丸の内2丁目5番1号

⑱ 代理人 弁理士 光石 英俊 外1名

最終頁に続く

明細書

際に用いられる工具用焼結材料に関する。

<従来の技術>

焼入鋼或いはニッケル基耐熱合金やコバルト基耐熱合金等の高硬度材料を加工する場合、一般にはタンクステン(W)等の高融点金属の炭化物粉末を鉄(Fe)やコバルト(Co)やニッケル(Ni)等の鉄系金属で焼結結合させた超硬合金が利用されてきている。

近年、上述した超硬合金が工具としてではなく、加工対象物として採用されつつあると共に加え、加工条件に対する厳しい要求に対応するため、より高性能な工具として焼結ダイヤモンドや立方晶窒化硼素(CBN)焼結体等を用いたものが開発されている。焼結ダイヤモンドはダイヤモンドの粉粒を超硬合金を結合剤として高温高圧下で焼結したものであるが、炭素(C)との親和力が強い鉄等の加工には根本的に不向きである。この点、ダイヤモンドに次ぐ硬度のCBN焼結体は鉄系金属との反応が少ないとから、ダイヤモンド

1. 発明の名称

工具用焼結材料

2. 特許請求の範囲

- (1) 40～90体積%の立方晶窒化硼素の粉粒と、5～55体積%の酸化シリコニウムの粉粒及び酸化アルミニウムの粉粒との混合物を焼結してなる工具用焼結材料において、立方晶窒化硼素の粉粒に金属の破壊を施したことを持てとする工具用焼結材料。
- (2) 請求項(1)項記載の工具用焼結材料において、立方晶窒化硼素の粒径が1乃至3マイクロメートルの範囲にあり、且つ金属の破壊厚さが10乃至1000オングストロームの範囲にあることを特徴とする工具用焼結材料。

3. 発明の詳細な説明

<産業上の利用分野>

本発明は、焼入鋼や超硬合金等の高硬度材料或いは耐熱合金等の切削加工や塑性加工の

以外のあらゆる加工対象物、特に焼入鋼や超硬合金等の高硬度材料の他にニッケル基耐熱合金やコバルト基耐熱合金等の加工に有効である。

従来の CBN 烧結体は、CBN の粉粒に結合剤として炭化チタンや窒化チタン等のセラミックスを混ぜ、これらを高温高圧下で焼結したものがほとんどである。結合剤としては、上記の他に珪素やジルコニウム(Zr)の窒化物、更にはアルミニウム(Al)とチタン(Ti)との金属間化合物や Al と Zr との金属間化合物等が知られている。

<発明が解決しようとする課題>

従来の CBN 烧結体を用いた工具では、高温領域下で結合相の硬度低下が発生するため、工具自体が高温となるような加工の際には、結合相からの CBN の粉粒の脱落が起こり易く、耐摩耗性の低下を招来するものが多い。また、このような工具を長時間の自動運転を行なう加工機械に組込む場合、突然的な工具欠

損が発生することは、加工機械等の損傷や設備稼働率の低下等の点で絶対に避けねばならないが、従来のこの種の CBN 烧結体は高い硬度を追求するあまり、韧性が充分なものとは云えなかった。

本発明者らは、酸化アルミニウム(アルミニウム: Al_2O_3)が窒化チタンや炭化チタン等と同程度の常温硬度を有し、しかも 600 から 800 °C の範囲の高温状態における硬度がこれらよりも高い点に着目して、実験を進め、この Al_2O_3 が CBN の結合材として有効であることも見い出した。

この際、CBN 粒と結合材の粒界のぬれ性を改善し、接着性を向上することを目的として Al 及び Ti のうち少なくとも一方の粉粒を添加したが、結合材単味焼結体での金属添加量の影響を調べた結果から上記粒界の特性向上のために添加した金属粉粒が、結合材相に対しても焼結性を低めていることがわかった。この対策として、CBN 粒の表面に金属をコ

- 3 -

ーティングすることにより CBN 粒と結合材相の粒界のみに金属を存在させるとの着想を得、実験でその効果を確認した。

<課題を解決するための手段>

本発明はかかる実験結果を踏まえてなされたもので、40～90 体積%の立方晶窒化硼素の粉粒と、5～55 体積%の酸化ジルコニウムの粉粒及び酸化アルミニウムの粉粒との混合物を焼結してなる工具用焼結材料において、立方晶窒化硼素の粉粒に金属の破膜を施したこととを特徴とする。また、立方晶窒化硼素の粒径が 1 乃至 3 マイクロメートルの範囲にあり、且つ金属の破膜厚さが 10 乃至 1000 オングストロームの範囲にあることを特徴とする。

この場合、金属の破膜が施された立方晶窒化硼素の粉粒と、酸化ジルコニウムの粉粒及び酸化アルミニウムの粉粒の混合物を、均一に混合混拌した後、これを高融点材料の容器に入れてベルト型超高压発生装置等の超高压

- 4 -

圧発生装置により例えば 40～60 キロバル(Kb)の範囲で加圧しつつ 1200～1800 °C の範囲で加熱し、この状態を 0.5～30 分程度保持することにより工具用焼結材料を得る。

<作用>

立方晶窒化硼素は工具用焼結材料としての主体をなすものであり、これが 40 体積%未満では立方晶窒化硼素自身の硬度を反映せることが困難となり、充分な耐摩耗性を得られない。逆に、この立方晶窒化硼素が 90 体積%を超えると、焼結時にその一部が六方晶に相転位を起こして焼結性が悪化するため、韧性の低下により微小なチッピングや欠損が発生する。

一方、酸化ジルコニウムと酸化アルミニウムとの混合物は立方晶窒化硼素の結合剤としての特性を発揮するため、これらが 5 体積%或いは 4 体積%未満では工具用焼結材料中に占める立方晶窒化硼素の量が相対的に多くな

り過ぎ、焼結性が悪化して耐摩耗性や韌性の低下を招来する。逆に、この混合物が 55 体積%或いは 50 体積%を超えると、立方晶窒化硼素の量が相対的に少なくなり過ぎてしまい、立方晶窒化硼素自体の硬度を工具用焼結材料に反映させることが困難となり、やはり耐摩耗性の低下を招くこととなる。なお、一般的な傾向として酸化アルミニウムに対する酸化ジルコニウムの割合を多くするほど韌性が向上し、逆に酸化アルミニウムの割合を多くするほど結合相の硬度が高くなる。以上の兼ね合いから、酸化アルミニウムに対して酸化ジルコニウムを 1 から 30 体積%の割合に收めることが望ましく、特に 1 から 10 体積%の範囲が好適である。

また、立方晶窒化硼素粒表面にコーティングする Al_2O_3 の厚みについては、10 オングストローム以下では金属添加による立方晶窒化硼素粒と結合相のねれ性改善、接着力向上等の効果が現れず、逆に 100 オングストロー

ムより厚くなると焼結後に立方晶窒化硼素粒と結合相の粒界に残留し、粒界の強度を低下させるよう働くため耐摩耗性が悪化してしまう。

<実施例>

無触媒法で合成された 1 から 3 マイクロメートル (μm) の範囲の粒径の立方晶窒化硼素 (CBN) で、その表面に真空蒸着法によりアルミニウム (Al) を 10 オングストローム (\AA)、100 \AA 、1000 \AA の厚みでコーティングした CBN 粒と、平均粒径がそれぞれ 0.3 μm の酸化ジルコニウム (ZrO_2) と酸化アルミニウム (Al_2O_3) とからなり且つこれらの体積比を 4 : 96 (= ZrO_2 : Al_2O_3) に調整した混合物と、更に結合相の韌性を向上させるための炭化ケイ素 (SiC) の針状結晶とを炭化タングステン (WC) 基超硬合金で内張りした小形の遊星運動型ミル内に装入し、更にこれらの混合を促進する目的でこれら粉粒の総体積の 35 % に相当する量のメチルアルコー

- 7 -

ルをミル内に加え、蓋をしてこれらを 3 時間混練した。そして、不活性ガス雰囲気にてミルの蓋を取り、ミルを 120 °C に加熱してメチルアルコールを蒸発させ、混練された原料粉体の乾燥を行った。

一方、塩化ナトリウム (NaCl) の粉粒を内径 8 ミリメートル、長さ 10 ミリメートルの円筒状に加圧成形している NaCl 製の容器本体に、同様にして作成した NaCl 製の下蓋を一体的に取付け、これらの内面に厚さ 20 μm のジルコニウム箔を張り付け、更にこの中に直径 7.8 ミリメートル、厚さ 2 ミリメートルの WC 基超硬合金製の円板を載置したもの用意しておく。

そして、乾燥終了後の前記原料粉体を不活性ガス雰囲気にてこの容器本体内の前記円板上に 6 ミリメートルの厚みになるように装入して突端で突き固め、更にこの上に前述したのと同一な WC 基超硬合金製の円板を載置し、またこの上に厚さ 20 μm のジルコニウム箔

- 8 -

を重ねたのち、前述と同様にして作成した NaCl 製の上蓋を容器本体に嵌め込み、これら容器本体と下蓋と上蓋とからなる容器内に原料粉末を密封する。

次に、超高压発生装置に上述した容器を取付け、50 Kb の圧力と 1650 °C の温度とを 30 分間保持し、原料粉末を焼結させて両端に WC 基超硬合金が結合した円柱状の工具用焼結材料を得た。そして、この工具用焼結材料を前記円板が結合した状態のまま切り出してバイト用の切刃を仕上げ、これを予め用意しておいた四角形の WC 基超硬合金製チップに銀ろうを介して固定しにくい角 0 度、逃げ角 5 度、ノーズ曲率半径が 1 ミリメートルのバイトを作成した。

このバイトを用い、ロックワニル硬さ (C スケール) が 62 の丸棒状をなす高炭素軸受鋼 (SUJ 2) に対して切削速度が毎分 170 メートル、切込み量が 20 μm 、バイトの送り速度が主軸一回転当たり 20 μm となるよう

にして 100 メートルの長さに相当する距離で旋削した後、切刃の逃げ面の摩耗量及びこの切刃を構成する CBN 烧結材料のピッカース硬さを、前記原料粉末を構成する各粉粒の比率を変えて測定した。なおこの旋削加工中には切削油を噴霧供給した。

これらの測定結果を第1表及び第2表に示すが、ちなみに窒化チタンを結合剤として使用した市販の CBN 烧結材料を用いた場合のピッカース硬さは 2500、切刃の逃げ面摩耗幅は 40 μm であった。

尚、本実施例において、CBN 粒に Al₂O₃ をコーティングしたことにより、CBN 粒と結合相の粒界の密着性が改善され、従来発明者らが製作した Al₂O₃ 添加の CBN 烧結材料に比べ、耐摩耗性の改善が認められた。すなわち Al₂O₃ 添加の CBN 烧結材料で第2表記載の No.13 と同一の組成の CBN 烧結材料は、逃げ面摩耗幅が 34 μm であったのに対し、本実施例では逃げ面摩耗幅が 28 μm であり、CBN

第2表

No.	組成 (wt%)			コーティング			ピッカース硬さ (kg/mm ²)	逃げ面摩耗幅 (μm)
	CBN	Al ₂ O ₃ · ZrO ₂	SiC 針状結晶	材質	厚さ (A)	Al ₂ O ₃		
13	65	30	5	Al ₂ O ₃	100	3200	28	
14	4	4	4	Al ₂ O ₃	1000	4	35	
15	4	25	10	Al ₂ O ₃	100	4	30	
16	70	29	1	Al ₂ O ₃	100	3300	33	
17	4	25	5	Al ₂ O ₃	10	4	36	
18	4	4	4	Al ₂ O ₃	100	4	31	
19	4	4	4	Al ₂ O ₃	1000	4	39	
20	4	20	10	Al ₂ O ₃	100	4	33	
21	80	19	1	Al ₂ O ₃	100	3350	42	
22	4	15	5	Al ₂ O ₃	100	4	38	
23	90	5	5	Al ₂ O ₃	100	3000	50	
24	94	5	1	Al ₂ O ₃	100	—	欠損	

No.	組成 (wt%)			コーティング		ピッカース硬さ (kg/mm ²)	逃げ面摩耗幅 (μm)
	CBN	Al ₂ O ₃ · ZrO ₂	SiC 針状結晶	材質	厚さ (A)		
1	35	60	5	Al ₂ O ₃	100	—	欠損
2	40	55	5	Al ₂ O ₃	4	2300	44
3	50	45	5	Al ₂ O ₃	10	2700	44
4	4	4	4	Al ₂ O ₃	4	100	40
5	4	4	4	Al ₂ O ₃	4	1000	46
6	60	39	1	Al ₂ O ₃	100	2900	33
7	4	35	5	Al ₂ O ₃	10	4	35
8	4	4	4	Al ₂ O ₃	4	100	31
9	4	4	4	Al ₂ O ₃	4	1000	38
10	4	30	10	Al ₂ O ₃	100	4	32
11	65	34	1	Al ₂ O ₃	100	3200	31
12	4	30	5	Al ₂ O ₃	4	100	33

粒への Al₂O₃ コーティングの効果が表わされている。

上述した工具用焼結材料は、高温時での硬度が高い Al₂O₃ を主体とする結合剤を用いたので、特に高温時の耐摩耗性を改善することができさらに、CBN 粒の表面に Al₂O₃ コーティングを施したことにより、CBN 粒と結合相の密着性が向上し CBN 粒の結合相による保持能力が従来のものよりも向上する。また、結合相に SiC の針状結晶を添加したものは、繊維強化による結合相の高靱化が可能となり、耐摩耗性の向上と同時にチップングや欠損の少ない工具用焼結材料を提供できる。

<発明の効果>

本発明の工具用焼結材料は、高温時での硬度が高い酸化アルミニウムを主体とする結合剤を用いたので、高温時での耐摩耗性を改善することができる。また、立方晶窒化ケイ素の表面に金属の被覆を施したので、立方晶窒化

鈴木粒と結合相の密着性が向上し、立方晶空
化鈴木粒の結合相による保持能力が向上した。

特許出願人
三菱重工業株式会社
代理人
弁理士 光石英俊
(他1名)

- 15 -

第1頁の続き

- ⑦発明者 角田 英雄 長崎県長崎市飽の浦町1番1号 三菱重工業株式会社長崎
研究所内
- ⑦発明者 安田 福司 東京都千代田区丸の内2丁目5番1号 三菱重工業株式会
社内